

Liste des substances utilisant cette analyse

Nom

Anions minéraux

Préparation de l'analyse

Conditions de conservation testée et validée pour les prélèvements :

Les espèces prélevées et celles formées sur le filtre imprégné sont stables indéfiniment.

Remarque : En cas de prélèvement de brouillards il est prudent d'attendre quelques jours pour que la totalité des gaz dissous soit transférée vers les filtres imprégnés. Cette précaution peut s'avérer utile également si des gaz sont adsorbés sur des particules avec lesquelles ils ne réagissent pas.

Séparation des plages _____ oui

Nombre d'étapes de préparation _____ 3

Commentaires sur les étapes :

La première étape décrit la désorption des supports de collecte.

Les désorbats des filtres imprégnés nécessitent un traitement particulier.

Deux traitements sont possible :

- soit le traitement sur résine H⁺
- soit l'ajout d'acide trifluoroacétique.

La deuxième étape décrit donc le traitement des solutions de désorption sur résine H⁺.

La troisième étape décrit le traitement à l'acide trifluoroacétique.

3 étapes de préparation :

Étape de préparation n°

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ ■ EAU
■ ELUANT

Type de préparation _____ ■ Désorption

Volume _____ 10 mL

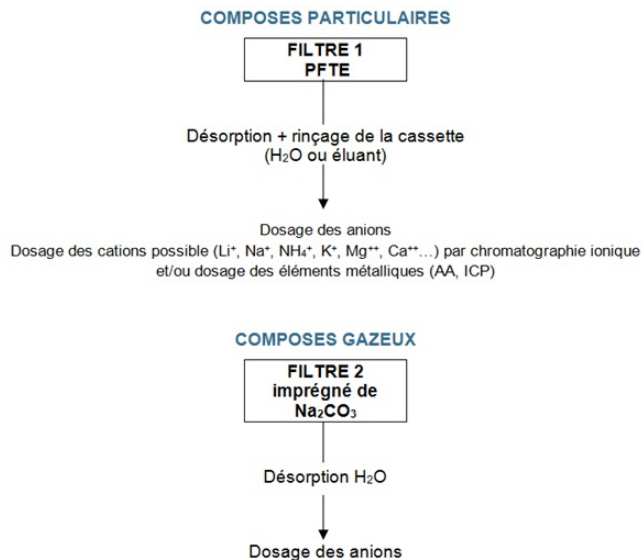
Ultrasons _____ 5 min

Autres conditions de préparation :

- Ouvrir la cassette en veillant à ne pas perdre de particules éventuellement déposées sur parois qui précèdent le préfiltre et à ne pas polluer les filtres imprégnés
- Déposer séparément chaque filtre utilisé pour le prélèvement, les blancs de laboratoire et de terrain sur le fond de béchers ou de flacons (voir schéma dans la partie Commentaires ci dessous).
- Introduire 5 à 20 mL de solution adaptée (eau ou éluant) sur chaque filtre.
- Lors de l'analyse de la fraction particulaire effectuer un rinçage de la partie supérieure de la cassette avec un volume connu du solvant de désorption (en général 5 à 10 mL) pour récupérer les particules éventuellement présentes sur les parois.
- Soumettre les flacons aux ultrasons pendant 5 à 10 minutes (ou agitation mécanique pendant 30 minutes).

Remarque : Traiter les blancs de laboratoire et les blancs de terrain de la même façon.

Commentaires :



Remarque : La méthode ne permet pas de distinguer les acides sulfurique et phosphorique de leurs sels.

Etape de préparation n°

Solvant ou solution _____ ■ EAU

Type de préparation _____ ■ Percolation

Volume _____ 5 mL

Autres conditions de préparation :

Traitement sur résine H⁺

Première méthode

- Préparation de la résine H⁺

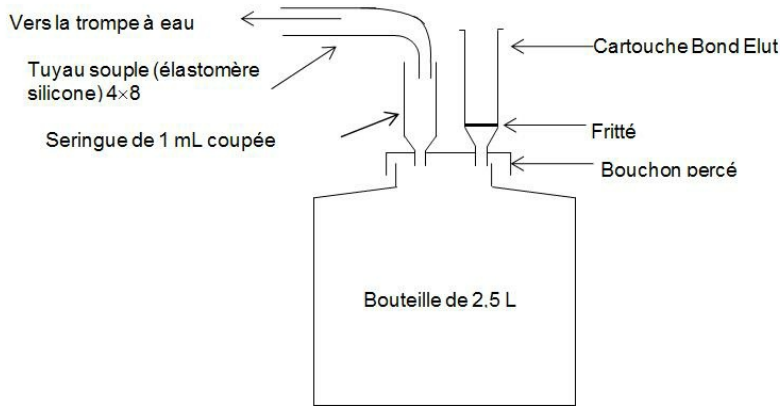
Juste avant l'analyse :

- préparer le montage n° 1 ou utiliser le dispositif d'extraction liquide/solide vendu dans le commerce,
- placer une ou de(s) cartouche(s) vide(s) munie(s) d'un fritté sur le dispositif,
- relier le dispositif à la trompe à eau,
- mettre en place la trompe à eau de façon à créer un vide modéré (5 à 7 cm Hg),
- rincer chaque cartouche avec de l'eau,
- verser dans chaque cartouche, au moyen d'une pipette automatique, 1,5 mL d'une solution aqueuse de résine échangeuse de cations soit environ 500 mg de résine,
- mettre en place un fritté, préalablement rincé avec de l'eau, à la partie supérieure de la cartouche ; tasser avec un agitateur en verre,

- placer sur la cartouche un adaptateur et une cartouche vide de 15 mL,
 - rincer avec un grand volume d'eau (50 mL par exemple),
 - sécher la résine après le dernier rinçage en appliquant un vide plus poussé.
- La cartouche est prête à l'emploi.

montage 1

Préparation de la cartouche de résine H⁺



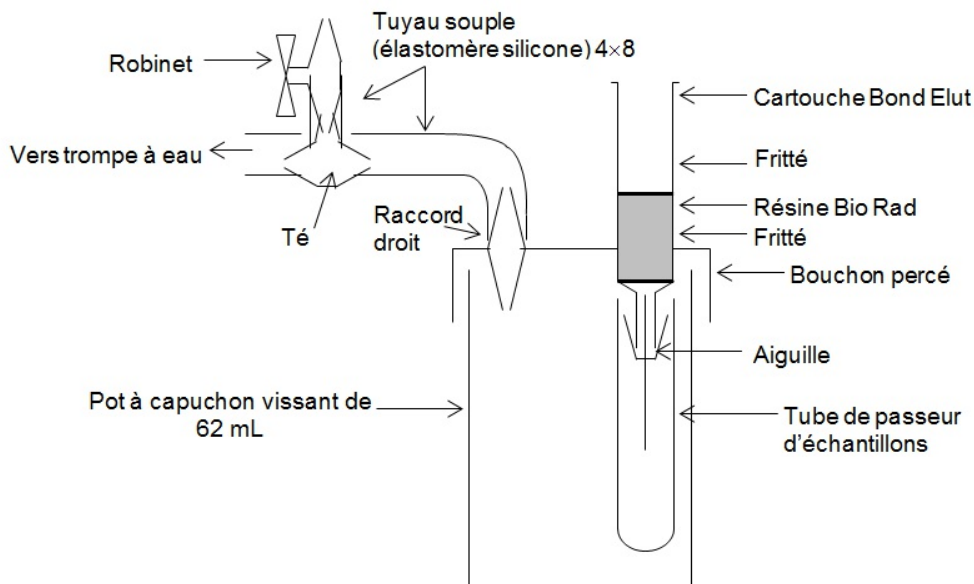
■ Traitement de l'échantillon

Juste avant l'analyse :

- préparer le montage n° 2 ou un dispositif équivalent,
- prélever 5 mL de désorbit,
- le faire passer sur la résine goutte à goutte en réglant le débit de la trompe à eau,
- recueillir la solution à analyser dans un tube du passeur d'échantillon.

montage 2

Traitement des échantillons



Deuxième méthode

■ Lavage préalable de la résine :

- faire passer 2 L d'eau sur environ 10 g de résine placés sur un système de filtration sur fritté avec filtre de cellulose,
- sécher sous vide.

■ Préparation de la suspension aqueuse de résine :

- la suspension est préparée avec un mélange 50/50 en masse d'eau et de résine fraîchement lavée,
- la suspension est maintenue en agitation par un barreau aimanté et prélevée à l'aide d'une micropipette à embout jetable.

■ Traitement des désorbats des filtres imprégnés :

- prélever 2,5 mL de désorbat (décanté 1 à 2 heures afin d'éviter l'entraînement de particules solides),
- ajouter 1 mL de suspension de résine H+ dans l'eau.

Ce traitement correspond à un ajout de 0,5 mL d'eau (dont on tiendra compte soit en appliquant dans les calculs un facteur de dilution, soit en faisant subir le même traitement aux solutions d'étalonnage).

Etape de préparation n°

Séparation des plages _____ oui

Solvant ou solution _____ ■ ACIDE TRIFLUOROACETIQUE

Type de préparation _____ ■ Concentration

Autres conditions de préparation :

Traitement à l'acide trifluoroacétique

- Mesurer le pH de la solution de désorption des filtres servant de blancs de laboratoire à l'aide d'une électrode combinée de pH.
- Compter le nombre de gouttes d'acide trifluoroacétique nécessaires pour ramener le pH entre 7 et 8.
- Ajouter ce même nombre de gouttes d'acide aux désorbats de filtres prélevés, aux blancs de terrain et de laboratoire et aux solutions d'étalonnage.

Commentaires :

Se souvenir **qu'au contact de l'eau l'acide trifluoroacétique forme de l'acide fluorhydrique. Lors de son utilisation prendre toutes les précautions décrites pour la manipulation d'acide fluorhydrique qui présente un danger spécifique important. En particulier, s'assurer de la présence à proximité de l'opérateur de gel au gluconate de calcium.** En cas de contact accidentel, effectuer un rinçage abondant à l'eau et traiter immédiatement la peau avec du gel au gluconate de calcium avant l'apparition de la douleur.

Commentaires, conseils ou conditions particulières

Préparation de l'électrolyte

Solution mère de chromate à 0,1 M

- Dans une fiole jaugée de 100 mL, placer 50 mL d'eau et 2,34 g de chromate de sodium tétrahydraté.
- Jauger et agiter énergiquement.
- Cette solution mère peut être conservée pendant un an dans un récipient en verre hermétiquement fermé.

Electrolyte de travail

- Dans une fiole jaugée de 200 mL :
 - verser 9,2 mL de solution mère de chromate,
 - ajouter 5 mL de modificateur de flux électroosmotique,
 - ajouter environ 100 mL d'eau,
 - verser, en agitant la fiole, 2 mL d'acide borique à 40 g/L préalablement préparé (passer aux ultrasons pour bien solubiliser),
 - compléter à 200 mL avec de l'eau (le pH obtenu est de 8),
 - dégazer sous vide.
- Cet électrolyte peut être utilisé pendant plusieurs jours s'il est conservé dans un flacon bouché.

Condition analytique n°

Les conditions analytiques utilisées lors du développement de la méthode sont fournies avec les données de validation.

Technique analytique _____ ■ ELECTROPHORESE CAPILLAIRE

Injecteur _____ ■ PASSEUR AUTOMATIQUE

Colonne _____ ■ SPECIFIQUE

Détecteur _____ ■ ULTRAVIOLET (UV)

Etalonnage et expression des résultats

La méthode d'étalonnage indiquée est celle utilisée lors du développement. Elle n'a cependant pas de caractère obligatoire

Méthodes d'étalonnage pour la quantification des polluants¹

¹ <https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-analyse-etalonnage/metropol-analyse-etalonnage.pdf>

Principe d'étalonnage _____ externe

Solvant de l'étalon _____ ■ Même solvant que celui des échantillons

Commentaires :

Réaliser des étalons à partir de substances de référence, commerciales ou synthétisées en laboratoire. Le solvant utilisé pour réaliser les solutions sera celui choisi pour le traitement des échantillons.

Préparer une gamme d'étalonnage, dans la même matrice que les échantillons (ne pas oublier le filtre imprégné)

Calcul de la quantité de substance sur le dispositif :

La concentration réelle C (en mg/m³) dans l'air est donnée par :

$$C = (C_x \times d - C_b) \times \frac{V}{V}$$

avec :

C_x (mg/L) : concentration de la substance dans l'échantillon

d : facteur de dilution

C_b (mg/L) : concentration moyenne de la substance dans les blancs de laboratoire

v (mL) : volume de jaugeage

V (L) : volume d'air prélevé

Calcul de la concentration atmosphérique²

²<https://www.inrs.fr/dms/inrs/PDF/metropol-resultat-calcul-concentration/metropol-resultat-calcul-concentration.pdf>

Compléments :

Des exemples de conditions d'analyse en fonction des colonnes sont données dans les "données de validation - compléments".

Remarque

Un ion de référence (par exemple 100 µL d'une solution de molybdate à 1 g/L) pourra être ajouté à chacune des solutions analysées (standards + blancs de laboratoire et blancs de terrain + échantillons inconnus). Ce pic de référence sert à corriger une éventuelle dérive des temps de rétention des ions.

Les quantités obtenues sont données en anions.

Note : La concentration dans l'air de l'acide correspondant à l'anion analysé est obtenue en multipliant la concentration en anion par un facteur (f) approprié.

Rappel :

- Les composés particuliers (sels et brouillards d'acide non volatils) sont dosés sur le préfiltre.
- Les brouillards des acides volatils (phase gazeuse et particulaire) sont dosés sur les filtres imprégnés.

Anion	Acide	Facteur de conversion (f)
F ⁻	HF	1,053
Cl ⁻	HCl	1,028
Br ⁻	HBr	1,013
NO ₂ ⁻	HNO ₂	1,022
NO ₃ ⁻	HNO ₃	1,016
SO ₄ ²⁻	H ₂ SO ₄	1,021
PO ₄ ³⁻	H ₃ PO ₄	1,032